

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-149108

⑤ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和62年(1987)7月3日

H 01 F 41/02
C 23 C 8/40G-7227-5E
6554-4K

審査請求 有 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 永久磁石の製造方法

⑮ 特 願 昭60-289314

⑯ 出 願 昭60(1985)12月24日

⑰ 発 明 者 大 塚 努 仙台市郡山6丁目7番1号 東北金属工業株式会社内
⑱ 出 願 人 東北金属工業株式会社 仙台市郡山6丁目7番1号
⑲ 代 理 人 弁理士 芦 田 坦 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

永久磁石の製造方法

2. 特許請求の範囲

1. R(イットリウムを含む希土類元素のうち少なくとも一種), Fe(鉄), B(ボロン)を主成分とする $R_2T_{14}B$ 系永久磁石材料を成型, 焼結後, その表面に金属の酸化物を被覆する永久磁石の製造方法において, 前記表面に金属の酸化物を被覆する工程が, 前記表面に金属系アルコラートを塗布し, 加熱分解して金属の酸化物皮膜を形成させることを特徴とする永久磁石の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は希土類金属(R)と, 遷移金属(T)とからなる $Nd_2Fe_{14}B$ 系合金で代表される $R_2T_{14}B$ 系

金属間化合物磁石の中で, 特に R(Yを含む希土類元素のうち少なくとも一種)・Fe・Bを主成分とする永久磁石材料に係る R-Fe-B系磁石材料の製造方法に関するものである。

〔従来の技術〕

従来, Nd・Fe・Bで代表される R・Fe・B系磁石材料は現在市販されている SnCo系永久磁石材料に比べ高い磁気特性を有している。ただこの R・Fe・B系磁石材料は大気中で極度に酸化しやすい希土類元素と鉄を含有するため, 何の処理を施すことなく磁気回路等の装置に組込んだ場合, 磁石材料の酸化による特性の劣化, ばらつきが生じ, さらに, 磁石材料より発生する酸化物の飛散による周辺部品への汚染が生じる。そのため従来は磁石表面に耐酸化性皮膜を形成して上記のばらつきと汚染を防止していた。そしてこれらの耐酸化性改善の公知例として特開昭60-54406号公報及び特開昭60-63902号公報に記載の発明が知られている。

以下余日

〔発明が解決しようとする問題点〕

しかしながら、これらの公知例による耐酸化性皮膜は皮膜形成工程中で多量の水を使用するため、処理工程中で磁石材料が酸化する恐れがあり、耐酸化性が充分でなかった。

したがって本発明は耐酸化性皮膜形成処理に水を使用しなくて済む永久磁石の製造方法を提供しようとするものである。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明の永久磁石の製造方法は、R (イットリウムを含む希土類元素のうち少なくとも一種)、Fe (鉄)、B (ボロン) を主成分とする $R_2T_{14}B$ 系永久磁石材料を成型、焼結後、その表面に金属の酸化物を被覆する永久磁石の製造方法において、前記表面に金属の酸化物を被覆する工程が、前記表面に金属系アルコラートを塗布し、加熱分解して金属の酸化物皮膜を形成させることを特徴とするものである。

この本発明の方法によれば、酸化膜被覆工程に水を全く含まないため、従来の水を多量に

使用するメッキ、化成処理などとは異って、処理工程の中に磁石合金自体を酸化することを抑制する。

〔実施例〕

以下本発明の耐酸化性の優れた永久磁石の製造方法を実施例について説明する。

先ず、純度 95% 以上の Nd (ネオジム)、電解鉄、クリスタル B をアルゴン雰囲気中で高周波加熱により溶解し、鋳込後 200℃ まで 100℃/min の速度で冷却し、合金組成が 33wt% Nd-1wt% B-ba₂Fe のインゴットを得る。

次に、そのインゴットをアルゴン雰囲気中で粗粉碎した後、約 4μm にボールミルで湿式粉碎し、この粉末を 10K0e の磁界中で 1.0 t/cm² の圧力で成形する。そしてこの圧粉体を 1050~1100℃ で 2 時間 Ar 中焼結し、100℃/hr 以下の冷却速度で徐冷する。

その後、この焼結体を 500~600℃ で 1 時間熱処理し、急冷することにより永久磁石を得ることが出来る。このようにして得られた永久磁

石から 10mm×10mm×8mm の試験片を切り出した。

上記の試験片をトリクレン脱脂後、Si-アルコラートをスプレーにて塗布した後、100~200℃ で 20 分間加熱する。すると、磁石表面に透明な SiO₂ 膜を得ることが出来る。この生成した膜厚は最小で 5μm、最大 15μm である。

この様にして SiO₂ をコーティングした永久磁石試験片と、コーティングしていない無処理試験片とを "JIS-Z-2371" にもとづく 72hr-5% 塩水噴霧試験を行ったところ、コーティングを施した場合は表面いずれの部分にも酸化が発生しないが、コーティングを施さない場合は全面に多量の赤さびが発生した。

さらに、SiO₂ コーティングを施した場合と、コーティングを施していない場合との磁気特性を表 1 に示す。

— 表 1 —

処理膜	膜厚 (μm)	磁 気 特 性		
		B _r (KG)	(BH) _m (MG0e)	H _c (KOe)
無処理	—	12.8	39	10.0
SiO ₂	5~15	12.7	38.5	10.1

上の説明及び表 1 から分るように、本実施例の酸化物で被覆された永久磁石は、耐酸化性に優れ、而も磁石特性に何ら影響を及ぼしていないことが分る。

さらに他の実施例として次の方法がある。

前述した永久磁石試験片をトリクレン脱脂乾燥後、Ti-アルコラートをスプレーにて塗布した後 100~200℃ で 20 分間加熱すると、表面に 3~10μm の白い TiO₂ 膜が得られる。

この TiO₂ 膜で被覆された表面にさらに Si-アルコラートをスプレーで塗布し、100~200℃ の温度で 20 分間加熱すると、白い TiO₂ 膜上に透明な SiO₂ 膜が得られる。この 2 相の膜厚は最小で 5μm、最大で 20μm である。

以上の様にして得られた TiO₂、SiO₂ の 2 相でコーティングされた永久磁石と、コーティングされていない永久磁石とを JIS-Z-2371 にもとづく 72hr-5% 塩水噴霧試験を行った結果、コーティングしてあると酸化が全く発生しないが、コーティングしてないと、全面に多量の赤さび

が発生した。

さらに、 $\text{TiO}_2 + \text{SiO}_2$ の2相コーティングを施した場合と、コーティングを施していない場合との磁気特性を表2に示す。

— 表 2 —

処理膜	膜 厚 (μm)	磁 気 特 性		
		B_r (KG)	$(BH)_m$ (MGOe)	H_c (KOe)
無処理	—	12.8	39	10.0
$\text{TiO}_2 + \text{SiO}_2$	5~20	12.7	38.5	9.8

表2より、2相の被覆にした場合も永久磁石の磁石特性には何等影響が無いことが判る。

上記の実施例は $\text{TiO}_2 + \text{SiO}_2$ の2相の被覆にした場合であるが、更に Al_2O_3 を加えた3相にすればより効果的であり、更に多数重ねれば更に効果的である。

耐酸化性皮膜の厚さは、コスト面、寸法精度、耐酸化性の面から2~20 μm が好ましい。

以下余白

〔 発明の効果 〕

以上のように本発明の方法においては、酸化物被覆を形成するのに前処理を含めて水を全く使用しないので、処理工程中に磁石合金自体が酸化することを抑制でき、従って永久磁石の磁気特性には何らの影響を与えず、また酸化物の飛散による周辺の汚染を防止することができる。

代理人 (7783) 弁理士 池田 憲保

